19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

2 731 351

(21) N° d'enregistrement national :

95 03156

(51) Int Ci⁵: A 61 K 7/48, 35/78

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A₁

- 22 Date de dépôt : 10.03.95.
- (30) Priorité :

- (71) Demandeur(s): GATTEFOSSE SA SOCIETE ANONYME — FR.
- Date de la mise à disposition du public de la demande : 13.09.96 Bulletin 96/37.
- (56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule.
- Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- (73) Titulaire(s) :
- (74) Mandataire : CABINET LAURENT ET CHARRAS.

(72) Inventeur(s): BURIGANA VERONIQUE ep. SIMARD et ROUX DENIS.

- ©4 COMPOSITION POUR LE LISSAGE DE LA PEAU ET PROCEDE POUR LA PREPARATION DE CETTE COMPOSITION.
- Composition pour le lissage de la peau, caractérisée en ce qu'elle contient, comme principe actif, un mélange d'extralts Issus des parties aériennes (feuilles et tiges) du serpolet et d'extraits de graines de lupin.

:R 2 731 351 - A1



COMPOSITION POUR LE LISSAGE DE LA PEAU ET PROCEDE POUR LA PREPARATION DE CETTE COMPOSITION.

Domaine Technique

L'invention concerne une composition pour le lissage de la peau ; elle se rapporte également à un procédé pour la préparation d'une telle composition.

Comme on le sait, le lissage de la peau est une intervention de chirurgie esthétique, consistant à enlever des bandelettes de peau et à retendre celle-ci pour supprimer les rides. Cette intervention est également dénommée "ridectomie", ou le plus généralement sous le terme anglais "lifting".

15 <u>Techniques antérieures</u>

A ce jour, pour retendre la peau, notament du visage ou du buste, on fait appel à des agents tenseurs riches en protéines de haut poids moléculaire, qui agissent en surface, ne pénètrent pas dans la peau et forment un film.

20

25

30

5

10

Le plus généralement, on utilise la serum-albumine-bovine, dénommée SAB, en solution aqueuse jaunâtre à 30 grammes par litre (g/l). On passe cette solution sur la peau et la SAB provoque immédiatement une sensation de tension et un lissage des traits immédiat mais non durable du réseau microdépressionaire cutané qui prépare la peau pour le maquillage. C'est la raison pour laquelle, pour cette application, la SAB est considérée comme la molécule de référence. En pratique, on utilise ce composé à concentration voisine de 3 à 4 % de matière sèche dans des ampoules communément appelées "ampoules coup d'éclat". Toutefois, à cause des problèmes liés au virus de la "vache folle", les utilisateurs souhaitent ne plus faire appel à des protéines

d'origine animale, pour les remplacer par des substituts d'origine végétale.

On a alors proposé d'utiliser des extraits de protéines de blé de haut poids moléculaire ou de l'albumine de pois (voir par exemple document FR-A-2 701 847). Même à forte concentration, donc pour un coût élevé, l'efficacité de ces produits est réduite, du moins par comparaison à la SAB.

L'invention pallie ces inconvénients. Elle vise une composition pour le lissage de la peau, qui soit facile à fabriquer à un coût raisonnable, ne fasse pas appel à des matières d'origine animale, et soit d'un usage commode tout en restant efficace.

15 <u>Description sommaire de l'Invention</u>

L'invention concerne une composition pour le lissage de la peau qui se caractérise en ce qu'elle contient, comme principe actif, un mélange d'extraits issus des parties aériennes (feuilles et tiges) du serpolet et d'extraits de graines de lupin.

20

5

En d'autres termes, l'invention consiste en une composition à usage externe pour le lissage de la peau, dont les principes actifs comprennent un mélange d'extraits de serpolet riches en flavonoïdes, en tanins et en -oses, et de farine de lupin riche en protéines hydrosolubles de poids moléculaire supérieur à 10 000.

30

Comme on le sait, le lupin, dénommé aussi "lupinus albus" est une herbe papilionacée, spontanée ou cultivée pour ses graines, dont on tire une farine riche en protéines, utile dans l'alimentation animale, et dans l'alimentation humaine pour la confection de viennoiseries.

5

10

15

20

Le serpolet, dénommé aussi "thymus Serpylhum" est une plante de la famille des labiées, et plus précisément du thym, largement utilisé comme condiment; on sait que les parties aériennes, à savoir les tiges et les feuilles du serpolet, ont des propriétés astringentes mises à profit sous forme de tisane.

On ne pouvait pas penser que la combinaison de ces deux plantes particulières, sous des formes précises, permette en mélange non seulement d'additionner les effets propres à chaque plante, mais également de provoquer une synergie utile pour cette application nouvelle du lissage de la peau.

Avantageusement, en pratique:

- les parties aériennes du serpolet sont préalablement stabilisées par un traitement haute fréquence, conformément aux enseignements du document EP-B-0 470 017 du Demandeur, puis broyées ;
 - les graines de lupin sont utilisées sous la forme de farine ;
 - le mélange des deux principes actifs contient en poids au moins la moitié d'extraits de serpolet et de préférence de 35 à 40 % en poids d'extraits de serpolet, et de 60 à 65 % de farine de lupin.

30

L'invention concerne également un procédé pour la préparation d'une telle composition pour le lissage de la peau, <u>caractérisé</u> en ce qu'il consiste :

- . à broyer les parties aériennes (feuilles et tiges) de serpolet, puis à les soumettre à une percolation hydro-alcoolique ;
- . à évaporer l'alcool sosu vide pour obtenir une solution aqueuse d'extraits de serpolet ;
- . à mélanger cette solution aqueuse avec de la farine de lupin ;
- . à centrifuger le mélange obtenu ;
- . puis à congeler la fraction hydrosolubilisée obtenue ;
 - . à la décongeler puis à la filtrer ;
 - . et enfin, après déshydratation, à introduire la poudre obtenue dans une composition à usage dermique.
- Avantageusement de manière connue, les parties aériennes de serpolet frais congelées sont réhydratées, puis soumises à un traitement aux hyper- fréquences jusqu'à atteindre dans ses parties de plante une température au moins égale à la température de dénaturation des enzymes spécifiques contenues dans le serpolet, conformément aux enseignements du document EP-B-0 470 017 du Demandeur.

Avantageusement, en pratique :

- l'alcool de percolation est de l'éthanol à 30 à 70 degrés, de préférence 60 degrés;
- l'évaporation sous vide de l'éthanol s'effectue à une température inférieure à 45°C;
- la solution aqueuse contient de 80 à 250 grammes par litre (g/l) d'extraits de serpolet, de préférence au voisinage de 200 grammes par litre (g/l);

30

25

5

- le mélange de la solution aqueuse de serpolet avec la farine de lupin s'effectue à température ambiante, éventuellement sous l'azote, pendant une heure et demie sous légère agitation ;
- la centrifugation est effectuée à 4°C pendant quinze à trente minutes, notamment vingt minutes à une vitesse de 3000 t/min;
 - la congélation est effectuée pendant vingt-quatre heures à -18°C;
- la filtration permet de retenir les parties insolubles et est effectuée au travers d'un tamis de 0,2 micromètre ;
- la déshydratation du filtrat est effectuée par lyophilisation,
 atomisation ou séchage sous vide.

La composition à usage dermique contient en produits secs de 1 à 6 % du mélange d'extraits de serpolet et de farine de lupin, de préférence entre 2 et 4 %.

15

5

On a observé que si la concentration est inférieure à 1 %, l'effet tenseur immédiat perçu est moindre. Si elle excède 6 %, on observe aucune amélioration proportionnelle.

20 La manière dont l'invention peut être réalisée et les avantages qui en découlent, ressortiront mieux de l'exemple de réalisation qui suit.

Manière de réaliser l'Invention

En reproduisant les enseignements du document EP-B-0 470 017 du 25 Demandeur déjà cité, on stabilise les parties aériennes (tiges et feuilles) de serpolet. Les parties traitées sont ensuite broyées, puis extraites par percolation par de l'éthanol à 60°.

L'éthanol est ensuite évaporé sous vide à une température 30 inférieure à 45°C et on recueille une solution aqueuse de serpolet contenant 60 g/l (grammes par litre) d'extraits de serpolet.

Dans un mélangeur équipé d'un agitateur tournant à 100 t/min, on introduit un litre de la composition aqueuse de serpolet contenant donc 60 g/l d'extraits, et 100 g d'une farine de lupin blanc du commerce.

On tourne pendant une heure et demie, jusqu'à obtenir une bouillie dans laquelle se solubilisent les protéines solubles du lupin, ainsi qu'une partie du tanin du serpolet qui se complexe avec les protéines pour former des complexes insolubles que l'on élimine par centrifugation à 3000 tours par minutes (t/min) pendant vingt minutes à 4°C.

10

5

On récupère une fraction hydrosolubilisée, riche respectivement :

- en flavonoïdes du serpolet qui donne un effet raffermissant par action sur le collagène, donc un effet anti-rides et anti-âge recherché;
- en tanin du serpolet qui donne une action astringente et resserre 15 les pores ;
 - en -oses du serpolet souvent complexées aux flavonoïdes pour favoriser la pénétration cutanée ;
 - en sels minéraux;
- et en protéines hydrosolubles de haut poids moléculaire, c'est-àdire d'un poids moléculaire supérieur à 10 000 en provenance du lupin blanc.

La solution aqueuse obtenue est ensuite congelée à moins 18°C pendant vingt-quatre heures pour précipiter les tanins et les complexes tanins- protéines qui auraient pu se former.

On décongèle, puis on filtre sur un tamis de 0,2 micromètre pour retenir les dernières parties insolubles.

30

La solution obtenue est ensuite déshydratée par lyophilisation en opérant de la manière suivante. On congèle tout d'abord pendant deux heures à moins 40°C, puis on désorbe sans chauffage pendant huit heures, puis on augmente progressivement la température pendant dix-huit heures jusqu'à atteindre une température finale de 35°C sous un vide de 0,2 à 0,4 bar.

On obtient alors une poudre brune d'odeur caractéristique de serpolet fortement hygroscopique.

10

5

Cette poudre peut être introduite dans une composition cosmétique à une proportion appropriée, pour former une composition tenseur à usage externe, notamment sous forme de crème eau dans huile (E/H) ou huile dans eau (H/E), de sérum, de gel, de lait ou de masque.

15

25

Les protéines de haut poids moléculaire hydrosolubles issues de la farine de lupin, donnent un effet tenseur immédiat recherché en agissant en surface.

Les flavonoïdes et tanins du serpolet donnent un effet de rafermissement anti-rides prolongé, alors que les tanins lissent en outre la peau et les flavonoïdes stimulent les fibres de collagène.

En d'autres termes, de manière surprenante, l'invention réside dans une composition qui permet d'agir simultanément sur le court terme (protéines de lupin) et sur le long terme (flavonoÎdes et tanins du serpolet).

Avec cette composition, on a réalisé certains essais comparatifs avec une composition de SAB d'usage courant pour cette application de tenseur immédiat.

Pour quantifier l'effet tenseur immédiat, on procède à une analyse sensorielle auprès d'un échantillon de dix personnes, de quatre solutions aqueuses respectivement :

- 1 de SAB d'usage courant à 3 % ;
- 2 d'un mélange selon l'invention à 4 %;
- 3 d'une farine de lupin à 5 %;
- 4 d'un extrait stabilisé de serpolet à 3 %.

Chacune des solutions étudiées est placée dans un stilligoutte de 5 ml. On place une goutte de la solution 1 de SAB sur l'hémifront gauche. A l'aide de l'index, on l'étale sur une surface équivalente à celle d'une pièce de cinq francs.

On essuie ensuite soigneusement l'index, puis on place ensuite une goutte du produit 2 selon l'invention sur l'hémifront droit que l'on étale comme précédemment.

Chaque personne évalue l'effet tenseur du produit 2 (invention) par rapport au produit 1 (SAB) en notant s'il perçoit aucune différence ou le sens de la différence qu'il perçoit.

Puis, après s'être lavé, on recommence en deux fois la même procédure pour chacun des deux autres composés (farine de lupin ou serpolet).

25

20

15

5

On observe ainsi que la solution 2 selon l'invention a un efffet plus tenseur que 1 (SAB), alors qu'en revanche, la solution 4 d'extrait de serpolet à 3 % a sensiblement un effet tenseur équivalent à SAB, et que la farine de lupin à 5 % dans l'eau un effet beaucoup moins tenseur.

En d'autres termes, la composition selon l'invention est perçue nettement comme plus tenseur que chaque composé pris séparément, ce qui montre bien que la synergie des tanins et des protéines spécifiques stimule l'effet sensoriel.

5

On met également l'effet tenseur en évidence par microscopie électronique à balayage, et ce en comparant la solution 2 selon l'invention avec une solution de SAB d'usage courant à 4 %.

10

15

20

Il y a visualisation des empreintes du relief cutané au microscope électronique à balayage avec des grossissements de 85 et de 210.

En comparant les empreintes réalisées avant traitement puis une heure après traitement, on observe que les rides paraissent moins profondes, que la peau est plus gonflée et plus lisse. Il s'ensuit que l'effet tenseur de la composition de l'invention est au moins équivalent à celui de la SAB.

Comme déjà dit, avec la composition dermique selon l'invention, contenant un mélange d'extraits de serpolet et de lupin, permet de formuler des émulsions eau dans huile, huile dans eau, des laits, des sérums, des gels, des masques pour le lissage de la peau, à des concentrations d'extraits de 1 à 4 % en matière sèche.

25

REVENDICATIONS

- 1/ Composition pour le lissage de la peau, <u>caractérisée</u> en ce qu'elle contient, comme principe actif, un mélange d'extraits issus des parties aériennes (feuilles et tiges) du serpolet et d'extraits de graines de lupin.
 - 2/ Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les graines de lupin sont utilisées sous forme de farine.
- 3/ Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les parties aériennes du serpolet (feuilles et tiges) ont été préalablement stabilisées par un traitement haute fréquence, puis broyées.
- 4/ Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le mélange des deux principes actifs contient en poids au moins la moitié d'extraits de serpolet et de préférence de 35 à 40 %, et de 60 à 65 % de farine de lupin.
- 5/ Procédé pour la préparation d'une composition pour le lissage de 20 la peau, caractérisé en ce qu'il consiste :
 - . à broyer les parties aériennes (feuilles et tiges) de serpolet, puis à les soumettre à une percolation hydro-alcoolique ;
 - . à évaporer l'alcool sous vide pour obtenir une solution aqueuse d'extraits de serpolet ;
- à mélanger cette solution aqueuse avec de la farine de lupin ;
 - . à centrifuger le mélange obtenu ;
 - . puis à congeler la fraction hydrosolubilisée obtenue ;
 - . à la décongeler puis à la filtrer ;
- et enfin, après déshydratation, à introduire la poudre obtenue dans
 une composition à usage dermique.

6/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que les parties
aériennes du serpolet frais congelées ont été rehydratées puis soumises à
un traitement aux hyper-fréquences, et enfin broyées.

- 7/ Procédé selon l'une des revendications 5 et 6, caractérisé en ce que l'alcool de percolation et en ce que l'évaporation de l'éthanol s'effectue sous vide à une température inférieure à 45°C.
- 8/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le mélange de la solution aqueuse de serpolet avec la farine de lupin s'effectue à température ambiante, et en ce que la centrifugation est effectuée à 4°C.
 - 9/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la congélation de la fraction hydrosolubilisée est effectuée pendant vingt-quatre heures à moins 18°C.
 - 10/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la déshydratation du filtrat est effectuée par lyophilisation, atomisation ou séchage sous vide.

20

15

25

Nº d'enregistrement national

INSTITUT NATIONAL

RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

54 511516

de la PROPRIETE INDUSTRIELLE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche FA 511516 FR 9503156

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			ernées demande		
atégorie	Citation du document avec indication, en cas d des parties pertinentes	e besoin,			
A	GB-A-2 178 657 (L'OREAL) * le document entier *	1-3	10		
A	SOAP, PERFUMERY & COSMETICS, vol. 65, no. 4, Avril 1992 LON page 43 * page 43, colonne du milieu, paragraphe *	li li	10		
A	EP-A-0 209 724 (BIOGAL GYOGYSZ * le document en entier *	ERGYAR) 1-	10		
A	CH-A-650 147 (TOTKA KIBARSKA) * le document en entier *	1-	10		
A,D	EP-A-0 470 017 (GATTEFOSSE) * le document en entier *	1-	10	:	
			}	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (In.CL.6)	
				A61K	
	1				
ļ					
				£	
	Date of scien	verment de la recherche	T	Examinator	
	16 Octobre 1995				
	CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES	T : théorie ou principe E : document de brevet			
Y:	particulièrement pertinent à îni seni particulièrement pertinent en combinaison avec un particulièrement de la même catégorie	the cité dans la demand	E : document de brevet senerican à un de du à cette date à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons		
A: pertinent à l'escoutre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O: éivaigation non-écrite		à : membre de la même famille, document correspondant			